WELTORGANISATION FUR GEISTIGES EIGENTUM

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6: (11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/53906 A1 B01J 2/04, C01B 33/152 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 3. Dezember 1998 (03.12.98) (81) Bestimmungsslaaten: CA, CN, JP, KR, MX, NO, SG, US, PCT/EP98/03162 (21) Internationales Aktenzeichen: . europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). 28. Mai 1998 (28.05.98) (22) Internationales Anmeldedatum: Veröffentlicht (30) Prioritätsdaten: --- Mit internationalem Recherchenbericht. --- ... 197 22 737.6 30. Mai 1997 (30.05.97) DE Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen. (71) Anmelder (für alle Bestimmangsstaaten ausser US): CABOT CORPORATION [US/US]; 75 State Street, Boston, MA 02109 (US). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): FORBERT, Rainald [DE/US]; Apartment #911, 4901 Saratoga Boulevard, Corpus Christi, TX 78413 (US). SCHWERTFEGER, Fritz [DE/DE]; Rauenthaler Weg 32, D-60529 Frankfurt (DE). HARTEL, Johannes [DE/DE]; Hasselstrasse 39, D-65812 Bad Soden (DE). (74) Anwäite: MAI, Peter usw., Luderschmidt, Schüler & Partner, John-F. Kennedy Strasse 4, Postfach 3929, D-65029 Wiesbaden (DE). (54) Title: METHOD FOR PRODUCING SUBSTANTIALLY GLOBULAR LYOGELS AND AEROGELS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON IM WESENTLICHEN KUGELFÖRMIGEN LYOGELEN SOWIE **AEROGELEN**

(57) Abstract

The invention relates to a method for producing substantially globular lyogels, wherein the constituents which make up the gel are mixed, whereupon lyosol is introduced into a medium which dissolves in said lyosol in a noticeable manner in order to form said gel. The present invention also relates to a method for producing substantially globular aerogels, wherein the lyogels produced according to said method are converted into an aerogel.

(57) Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von im wesentlichen kugelförmigen Lyogelen, bei dem die gelbildenden Komponenten zum Lyosol vermischt werden und anschließend das Lyosol zur Bildung des Lyogels in ein Medium eingebracht wird, das sich in dem Lyosol merklich löst. Die vorliegende Erfindung betrifft femer ein Verfahren zur Herstellung von im wesentlichen kugelformigen Aerogelen, bei dem die erfindungsgemäß hergestellten Lyogele zu einem Aerogel umgesetzt werden.

WO 98/53906 PCT/EP98/03162

Beschreibung

Ţ

Verfohren zur Herstellung von im wesentlichen kugelförmigen Lyagelen sawie Aerogelen

Gegenstond der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von im wesentlichen kugelfärmigen Lyogelen sawie Aeragelen.

Aerogele, insbesandere salche mit Porositäten über 60 % und Dichten unter 0.6 g/cm³, weisen eine äußerst geringe Wörmeleitfähigkeit ouf und finden deshalb Anwendung als Wärmeisolationsmateriol, wie z. B. in der EP-A-0 171 722 beschrieben. Dorüber hinous ist die Verwendung für Çerenkav-Detektaren outgrund ihrer für Feststaffe sehr geringen Brechzahl bekonnt. Weiterhin ist in der Literatur oufgrund ihrer besonderen akustischen Impedanz eine mögliche Verwendung als Impedonzonpassung z.B. im Ultroschallbereich beschrieben. Weiterhin ist ihre Anwendung ols Tröger für Wirkstaffe in Pharmozie und Landwirtschaft bekonnt.

Aerogele im weiteren Sinn, d.h. im Sinne von "Gel mit Luft als
Dispersiansmedium", werden durch Trocknung eines geeigneten Gels
hergestellt. Unter den Begriff "Aerogel" in diesem Sinne, follen Aeragele im
engeren Sinn, Xerogele und Kryogele. Dobei wird ein getrocknetes Gel ols
Aerogel im engeren Sinn bezeichnet, wenn die Flüssigkeit des Gels bei
Temperoturen aberholb der kritischen Temperotur und ousgehend von
Drücken oberhalb des kritischen Druckes weitestgehend entfernt wird. Wird
die Flüssigkeit des Gels dagegen unterkritisch, beispielsweise unter Bildung
einer Flüssig-Dompf-Grenzphose entfernt, donn bezeichnet mon dos
entstondene Gel vielfoch auch ols Xerogel.

Bei der Verwendung des Begriffs Aeragele in der vorliegenden Anmeldung handelt es sich um Aerogele im weiteren Sinn, d.h. im Sinn van "Gel mit Luft als Dispersionsmedium".

Nicht unter den Begriff fallen aus der älteren Literatur bekannte Xerogele, die z.B. durch Fällung von Kieselsäure (z.B. DE-A-3025437, DD-A-296 898) erhalten werden, ader als pyragene Kieselsäure, z.B. Aerosil[®], anfallen. In diesen Fällen bildet sich während der Herstellung kein über größere Distanzen homagenes, dreidimensianales Gelnetzwerk aus.

Bei Aerogelen kann man grundsätzlich zwischen anorganischen und arganischen Aerogelen unterschieden.

Anorganische Aerogele sind schon seit 1931 bekannt (S.S.Kistler, Nature 1931,127,741). Seitdem sind aus unterschiedlichsten Ausgangsmaterialien Aeragele dargestellt worden. Dabei kannten z. B. SiO₂-, Al₂O₃-, TiO₂-, ZrO₂-, SnO₂-, Li₂O-, CeO₂- und V₂O₅-Aerogele sowie Mischungen aus diesen hergestellt werden (H.D. Gesser, P.C.Gaswami, Chem. Rev. 1989, 89, 765ff).

Seit einigen Jahren sind auch arganische Aeragele aus unterschiedlichsten Ausgangsmaterialien, z.B. aus Melaminformaldehyd, bekannt (R.W. Pekala, J. Mater. Sci. 1989, 24, 3221).

Anarganische Aerogele kännen dabei auf unterschiedlichen Wegen hergestellt werden.

Zum einen können SiO₂-Aerogele beispielsweise durch saure Hydrolyse und Kandensatian van Tetraethylarthasilikat in Ethanol hergestellt werden. Dabei entsteht ein Gel, das durch überkritische Tracknung unter Erhaltung der Struktur getrocknet werden kann. Auf dieser Tracknungstechnik basierende

Ţ

Herstellungsverfahren sind z.B. aus der EP-A-0 396 076, der WO 92/03378 und der WO 95/06617 bekannt.

Die mit der überkritischen Trocknung von Aeragelen verbundene Hachdrucktechnik ist jedach verfahrenstechnisch aufwendig und birgt ein hohes Sicherheitsrisiko. Zudem ist die überkritische Trocknung von Aerogelen ein sehr kastenintensives Herstellungsverfahren.

Eine prinzipielle Alternative zur überkrilischen Trocknung bietet ein Verfohren zur unterkritischen Trocknung van SiO₂-Gelen. Die mit der unterkritischen Tracknung verbundenen Kosten sind aufgrund der einfacheren Technik, den niedrigeren Energiekosten und dem geringeren Sicherheitsrisika wesentlich geringer.

Das SiO₂-Gel konn dabei beispielsweise durch saure Hydralyse van Tetraalkoxysilanen in einem geeigneten organischen Läsungsmittel mittels Wasser erhalten werden. Nach Austausch des Läsungsmittels gegen ein geeignetes organisches Lösungsmittel wird in einem weiteren Schritt das erhaltene Gel mit einem Silylierungsmittel umgesetzt. Das dabei entstehende SiO₂-Gel kann anschließend aus einem organischen Lösungsmittel heraus on der Luft getracknet werden. Domit kännen Aeragele mit Dichten unter 0,4 g/cm³ und Porasitäten über 60 % erreicht werden. Dos ouf dieser Trocknungstechnik bosierende Herstellungsverfohren ist ausführlich in der WO 94/25149 beschrieben.

Die oben beschriebenen Gele kännen darüber hinous var der Tracknung in der alkahol-wößrigen Lösung mit Tetraalkoxysilonen versetzt und gealtert werden, um die Gelnetzwerkstörke zu erhöhen, wie z.B. in der WO 92/20623 offenbort.

Die bei den aben beschriebenen Verfahren als Ausgangsmaterialien verwendeten Tetraalkoxysilane stellen jedoch ebenfalls einen außerardentlich hohen Kastenfaktar dar.

Eine erhebliche Kastensenkung kann durch die Verwendung von Wasserglas als Ausgangsmaterial für die Herstellung der SiO₂-Gele erreicht werden. Dazu kann beispielsweise aus einer wäßrigen Wasserglasläsung mit Hilfe eines Ionenaustauscherharzes eine Kieselsäure hergestellt werden, die durch Zugabe einer Base zu einem SiO₂-Gel palykandensiert. Nach Austausch des wäßrigen Mediums gegen ein geeignetes arganisches Läsungsmittel wird dann in einem weiteren Schritt das erhaltene Gel mit einem ahlorhaltigen Silylierungsmittel umgesetzt. Das dabei entstehende, auf der Obertläche z. B. mit Methylsilylgruppen modifizierte SiO₂-Gel kann anschließend ebenfalls aus einem organischen Lösungsmittel heraus an der Luft getracknet werden. Das auf dieser Technik basierende Herstellungsverfahren ist aus der DE-A-43 42 548 bekannt.

Verfahrensalternativen bezüglich der Herstellung eines SiO₂-Hydrogels auf der Basis von Wasserglas mit anschließender unterkritischer Trocknung werden in den deutschen Patentanmeldungen 195 41 715.1 und 195 41 992.8 affenbart.

In der deutschen Patentanmeldung 196 48 798.6 wird ein Verfahren zur Herstellung van Aerogelen offenbart, bei dem Hydragele ohne varherigen Lösungsmitteltausch, d.h. mit im wesentlichen Wasser in den Poren, oberflächenmadifiziert und anschließend getracknet werden.

Aus der DE-PS 896 189 ist bekannt, daß man kugelförmige Kieselsäurehydragele dadurch herstellen kann, daß man aus einem kieselsäurehaltigen Rohstaff, z.B. Wasserglas, durch Umsetzung mit einer Säure, z.B. Schwefelsäure, ein gelbildendes Kieselsäurehydrosal herstellt und dieses in Farm einzelner Tropfen durch ein mit Wasser und dem Hydrosol nicht mischbares gasfärmiges oder flüssiges Medium, z.B. ein Mineraläl, hindurchleitet. Die Hydrasoltropfen nehmen dobei eine mehr ader weniger kugelfärmige Gestolt an und verbleiben so lange in der Ölschicht, bis die Umwondlung vom Sal in das feste Hydrogel erfolgt ist. Die nach dem oufgezeigten Verfahren hergestellten Hydragelkugeln weisen jedach Mineralölverunreinigungen ouf, die auch mit sehr oufwendigen Wöschen nicht vollstöndig entfernt werden können.

Sofern bei diesem Verfahren die Mischung in ein gosförmiges Medium verspritzt wird, arbeitet mon so, daß mon aus Wasserglos, Schwefelsöure und Aluminiumsulfot mittels einer Mischdüse zunächst Hydrasoltröpfchen erzeugt; die in einen mit Luft gefüllten Kessel gespritzt werden. Unter den ongewondten Bedingungen erfolgt die Umwandlung des Hydrasols zu einem Hydragel innerhalb etwa einer Sekunde, so daß die kleinen Hydrageltröpfchen in einer Wosserschicht am Boden des Kessels aufgefangen und weiterverorbeitet werden können.

In der DE-C- 21 03 243 wird ein Verfohren und eine Varrichtung zur Herstellung von weitgehend kugelförmigen, Kieselsäure enthaltenden Hydrogelen beschrieben, wobei dos Kieselsöurehydrosol in einer speziellen Mischdüse ous einem kieselsöureholtigen Rohstaff und einer souren Lösung gebildet wird. Das so gebildete Hydrosol wird zwecks Trapfenbildung in ein gosförmiges Medium, dos sich in dem Hydrasol nicht merklich löst, z.B. Luft, verspritzt.

Aufgrund der erforderlichen Follzeit ols Reaktianszeit zur Gelbildung ergeben sich jedoch obhängig van der Partikelgröße aufwendig graße Bauhöhen für den Apparot, in den das Hydrosol verspritzt wird.

Allen aben erwähnten Verfahren ist gemeinsam, doß zur Initiierung der

Gelbildung zwei oder mehr Ausgongskomponenten, z.B. Wassergloslösuna und Minerolsöure zusommengebrocht werden müssen. Es erweist sich dobei ols aünstig für die Eigenschoften der Gelportikel, insbesondere für ihre spätere Stobilität, wenn die Form und Größe der Portikel bereits vor dem Gelbildungsvorgong eingestellt werden. Es ist besonders vorteilhoft für die onschließenden verfahrenstechnischen Prozeßschritte noch der Gelbildung und Formgebung, wie z.B. für Wöschen, für gegebenenfolls nochfalgende Reoktianen und für die anschließende Tracknung, wenn die Portikel in einer leicht handhabbaren Form, alsa z.B. ols Kugeln, vorliegen. Kugelfärmige Partikel sind hinsichtlich ihrer Stobilität allen onderen Geometrien überlegen. Aufgrund der regelmäßigen Geometrie und der fehlenden Konten und Ecken kann unerwünschter Abrieb bei den nachfolgenden Prozeßschritten weitestgehend vermieden werden. Im wesentlichen kugelförmige Lyogele besitzen den Varteil, daß sich die Portikelgrößenverteilung des ous dem Lyagel hergestellten Endpraduktes besanders leicht durch den Formgebungsprozeß einstellen lößt.

Der varliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von im wesentlichen kugelfärmigen Lyagelen bereitzustellen. bei dem die Nachteile der bekonnten Verfahren vermieden werden.

Geläst wird diese Aufgabe dodurch, doß man die gelbildenden Kompanenten zum Lyosol vermischt und onschließend dos Lyagel zur Bildung des Lyagels in ein Medium einbringt, das sich in dem Lyosol merklich löst. Unter einem Lyasol bzw. Lyogel ist in der vorliegenden Anmeldung ein Solbzw. Gel zu verstehen, bei dem die Solbzw. Gel-Zwischenröume mit Flüssigkeit ausgefüllt sind. Besteht die Flüssigkeit im wesentlichen ous Wosser, so spricht mon von einem Hydrosol bzw. Hydragel.

Vorteilhofterweise ist das Medium eine Dompfotmosphäre, wobei dem Lyasol

weitere Stoffe zugegeben werden können, bevor es in die Dampfatmosphäre eingebracht wird. Der Dampf kann dabei noch andere gasförmige Medien, wie z.B. Luft enthalten. Zum Vermischen der gelbildenden Komponenten und zum Einbringen des Lyosols sind alle dem Fachmann zu diesem Zweck bekannten Vorrichtungen geeignet.

Zweckmäßigerweise wird das Lyosal in die Dampfatmosphäre getrapft oder gesprüht, vorzugsweise in Richtung der Schwerkraft.

Eine bevorzugte Ausführungsform sieht var, daß das Lyasol in eine Dampfatmosphäre ohne eine erzwungene Strömung des Dampfes getropft oder versprüht wird. Vorteilhafterweise wird in diesem Fall mindestens eine solche Menge an Dampf dem Apparat zugeführt, wie durch Kondensation an den Lyasol-/ Lyogeltropfen und an den Apparatewänden aufgebraucht wird und die benötigt wird, um die Prozeßtemperatur einzustellen.

Eine weitere Ausführungsform besteht darin, daß das Lyosol in eine Dampfströmung eingebracht wird.

Gemäß einer weiteren bevarzugten Ausführungsform wird das Lyosol in einen Dampfstrom aufgegeben, der im wesentlichen der Schwerkraft entgegengerichtet strömt. Die Dampfströmung kann dabei auch anders gerichtete Geschwindigkeitskamponenten enthalten.

Eine Weiterbildung dieser Ausführungsform sieht vor, daß das Lyosal in eine Dampfströmung eingebracht wird, deren Geschwindigkeit sich in Strämungsrichtung verringert.

Als Ausgangsstaffe für das ertindungsgemäße Verfahren sind grundsätzlich alle Stoffe geeignet, die für die bekannten Wege zur Synthese von Lyogelen

:Q.

beispielsweise als Varstufe für ein Aeragel verwendbar sind (siehe z.B. J. Brinker, G. W. Scherer, Sal-Gel Science: The Physics and Chemistry af Sal/Gel Pracessing, Academic Press Ltd., Landan 1990; DE-A-43 42 548; US-A 5,081,163; US-A 4,873,218).

Bevarzugt sind dabei die Vorstufen van SiO₂-Hydrasalen, z.8. Kieselsäure und Mineralsäure. Besanders bevarzugt sind Natrium-Wasserglas-Läsungen und Salzsäure.

Eine weitere Ausführungsform des Verfahrens besteht darin, daß die Lyasolträpfichen nach der Umwandlung zum Lyagel in einer Wasserschicht aufgefangen werden.

Es ist varteilhaft für das erfindungsgemäße Verfahren, wenn die Dampfatmosphäre varzugsweise eine Temperatur im Bereich van 60°C bis 130°C, besanders bevarzugt van 80°C bis 120°C, insbesandere van 95°C bis 105°C aufweist.

Die Erfindung beruht auf dem überraschenden Effekt, daß das sich aus der Dampfphase auf den Lyasolträpfchen bildende Kondensat die Zusammensetzung und Hamagenität der Träpfchen nicht nachteiligbeeinflußt, abwahl das Kandensat vallständig mit dem Lyasal mischbar ist. Durch die sehr schnelle Aufheizung des Lyasalträpfchens in der Dampfatmasphäre und die dadurch bedingte erheblich beschleunigte Gelbildungsreaktian wird die Verdünnung des Lyosals mit dem Kandensat aus der Dampfphase überraschenderweise verhindert.

Weiterhin sind durch die erheblich beschleunigte Gelbildungsreaktian nach dem erfindungsgemäßen Verfahren deutlich niedrigere Bauhähen des Sprühbehälters erfarderlich als bei den Verfahren, bei denen in ein Gas wie z.B. Luft, gesprüht wird, das sich nicht merklich in dem Lyosol löst.

Durch eine der Schwerkraft entgegengerichtete Dampfströmung kann außerdem die Verweilzeit der Partikel im Dampf gezielt erhöht werden, wadurch sich eine weitere Einsparung in der Bauhähe des Apparates ergibt, in den das Lyasal eingebracht wird.

Ein weiterer Effekt des entgegen der Fallrichtung strämenden Dampfes ergibt sich aus der verringerten Fallgeschwindigkeit der Kugeln; dies bewirkt ein schanenderes Eintauchen der Lyagelkugeln beispielsweise in eine Wasserschicht.

Die entgegen der Schwerkraft gerichtete Damptsträmung kann außerdem zu einer Klassierung bzw. Sichtung der Trapfen bzw. Partikel während der Gelbildung herangezagen werden. Partikel mit einem Durchmesser unterhalb des mit der Strämungsgeschwindigkeit karrespandierenden Grenzkarndurchmessers werden nach aben ausgetragen, wahingegen gräßere Partikel nach unten ausgetragen werden.

Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung von im wesentlichen kugelfärmigen Aeragelen bereitzustellen.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren geläst, bei dem man ein im wesentlichen kugelfärmiges Lyagel, wie es gemäß der varliegenden Erfindung hergestellt werden kann, zu einem Aeragel umsetzt.

Das Verfahren zur Umsetzung des Lyagels zu einem Aeragel ist in keinster Weise beschränkt. Es kännen alle dem Fachmann bekannten Verfahrensvarianten angewendet werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird dos im wesentlichen kugelfärmige Lyogel mit einem Silylierungsmittel umgesetzt. Es können alle dem Fachmann bekannten Silylierungsmittel, wie z.B. Trimethylchlarsilan, verwendet werden. Vor der Silylierung konn dos Lyaget gewaschen werden und/ader das Lösungsmittel des Lyagels gegen ein onderes, arganisches Läsungsmittel ousgetauscht werden. Die Wäsche des Lyagels bzw. Hydrogels sawie der Lösungsmitteltausch kann dabei nach allen aus dem Stond der Technik beschriebenen Verfahren durchgeführt werden.

Die Trocknung kann ebenfolls nach allen dem Fachmonn bekannten
Trocknungsverfahren durchgeführt werden. Bevarzugt sind dabei die für
Aeragele bekannten überkritischen sowie unterkritischen
Tracknungsverfahren, wobei die unterkritische Trocknung besonders
bevarzugt ist.

Nachstehend wird das erfindungsgemöße Verfahren onhand eines Ausführungsbeispieles näher beschrieben.

Beispiel 1

Eine Natrium-Wasserglaslösung wird durch Verdünnung von 53,5 kg handelsüblicher Notrium-Wasserglas-Lösung mit 25,5% SiO2 und 7,6% Na2O mit 31,7 kg deionisiertem Wasser hergestellt. Eine verdünnte Salzsäure wird durch Verdünnung van 19,3 kg handelsüblicher 25 Gew.%-iger Salzsäure mit 65,8 kg deionisiertem Wasser hergestellt. Jeweils 30 kg/h der verdünnten Salzsäure und der verdünnten Wasserglaslösung werden genau dosiert einer Mischund Sprühvarrichtung zugeführt. Der Ausgang der Mischdüse befindet sich am oberen Ende eines Sprühturmes, dessen unteres Drittel als Kanus ausgeführt ist. Der Kanus ist mit Wasser gefüllt. Der Sprühturm ist mit einer Dampfatmosphäre befüllt und wird so mit Dampf gespült, doß die Turm-Innentemperatur 100°C beträgt. Die Hydragelkügelchen werden in der

Wasserschicht aufgefangen, sedimentieren durch die Wasserschicht und werden durch einen Wasserstrom aus dem Sprühturm ausgetragen.

Die Hydragelkügelchen werden kantinuierlich mit 0,1 mal-Salzsäure und anschließend mit deianisiertem Wasser gewaschen. Im Anschluß werden die Hydragelkügelchen mit Acetan in mehreren Stufen gewaschen, bis der Wassergehalt im Gel kleiner 1% beträgt. Das acetanfeuchte Gel wird mit einer Mischung aus Aceton und 5% Trimethylchlarsilan 10 Stunden lang beaufschlagt. Anschließend wird das Gel wieder in mehreren Stufen mit Acetan gewaschen. Die acetanfeuchten Gelkügelchen werden in einer Wirbelschicht mit Stickstaff bei 180°C 5 Minuten lang getracknet. Die erhaltenen Aerogelkugeln weisen eine Dichte van 130 kg/m³ auf. Ihre Wärmeleitfähigkeit beträgt 0,01 W/mK.

Patentansprüche:

- 1. Verfahren zur Herstellung von im wesentlichen kugelförmigen Lyogelen, bei dem die gelbildenden Kamponenten zum Lyosal vermischt werden und anschließend dos Lyasol zur Bildung des Lyagels in ein Medium eingebrocht wird, dos sich in dem Lyosol merklich läst.
- 2. Verfahren gemöß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, doß das Medium eine Damptatmasphöre ist.
- 3. 3 Verfohren gemöß Anspruch 2. dadurch gekennzeichnet, daß die 1907 zu debber 2. dadurch gekennzeichnet, daß die 1907 zu debber 2. dadurch gekennzeichnet, daß die 1907 zu debber 3. dagung der State der St
 - 4. Verfohren gemöß Anspruch 3, dodurch gekennzeichnet, doß dos weitere gastörmige Medium Luft ist.
 - 5. Verfohren gemäß mindestens einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, doß dos Lyosol in die Dampfotmosphäre getropft wird.
 - 6. Verfohren gemöß mindestens einem der Ansprüche 2 bis 4, dodurch gekennzeichnet, doß das Lyasal in die Dampfotmasphäre gesprüht wird.
 - 7. Vertohren gemöß mindestens einem der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, doß das Lyasol in eine ruhende Dampfotmosphäre eingebracht wird.
 - 8. Verfahren gemöß mindestens einem der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, doß dos Lyosol in eine bewegte Dampfatmosphäre eingebrocht wird.

4

- 9. Verfahren gemäß Anspruch 8, dodurch gekennzeichnet, daß dos Lyosal in einen im wesentlichen entgegen der Schwerkraft gerichteten Dompfstrom eingebrocht wird.
- 10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dodurch gekennzeichnet, daß der Domptstrom seine Geschwindigkeit in Strömungsnichtung verringerf.
- Verfahren gemöß mindestens einem der Ansprüche 2 bis 10, dodurch gekennzeichnet, daß die Damptotmasphäre eine Temperatur im Bereich von 60°C bis 130°C oufweist.
- 12. Verfahren gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, doß das Lyosol ous Kieselsäure und Mineralsäure gebildet wird.

Carrier Secretary

- 13. Verfahren gemöß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, doß das Lyosol aus einer Notnum-Wasserglos-Lösung und Salzsäure gebildet wird.
- 14. Verfohren gemöß mindestens einem der Ansprüche 9 bis 13. dadurch gekennzeichnet, doß die Lyasolparfikel durch den entgegen der Schwerkraft gerichteten Dampfstram ihrer Gräße nach gesichtet werden.
- 15. Verfahren gemäß mindestens einem der varhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, doß die Lyosol-Portikel in einer Wosserschicht aufgetongen werden.
- 16. Verwendung van im wesentlichen kugelfärmigen Lyogelen, wie sie gemäß mindestens einem der varhergehenden Ansprüchen erhältlich sind,

zur Herstellung von Aerogelen.

17. Verfahren zur Herstellung von im wesentlichen kugelförmigen Aerogelen, bei dem ein im wesentlichen kugelförmiges Lyogel, erhältlich gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 15, zu einem Aerogel umgesetzt wird.